

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平4-236402

(43) 公開日 平成4年(1992)8月25日

(51) Int.Cl. ³	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
H 0 1 F 1/08		A 7371-5E		
B 2 2 F 1/02		C 7803-4K		
9/04		E 9157-4K		
C 2 2 C 38/00	3 0 3	D 7325-4K		
		7371-5E		
			H 0 1 F 1/04	H
			審査請求 未請求	請求項の数1(全 6 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願平3-18307

(22) 出願日 平成3年(1991)1月18日

(71) 出願人 000183303

住友金属鉱山株式会社

東京都港区新橋5丁目11番3号

(72) 発明者 金子 勲

千葉県市川市中国分3-18-5 住友金属

鉱山株式会社中央研究所内

(74) 代理人 弁理士 押田 良久

(54) 【発明の名称】 圧縮ボンド磁石用希土類-鉄系合金粉末の処理方法

(57) 【要約】

【目的】 磁気特性を保ちつつ、機械強度が十分な圧縮ボンド磁石の製造用として好適な、プレス機への給粉性にも優れている希土類-鉄系合金粉末を得ることのできる処理方法を提供することを目的とする。

【構成】 Nd-Fe-Co-B系合金を高周波熔融し、回転ロールに吹き付けて急冷して幅2mm、厚さ20μmのリボン状とした。これを加熱冷却した後、425μm以下に粉砕した。この合金粉末にバインダー樹脂(熱硬化性エポキシ樹脂、無水フタル酸(硬化剤))を混合し、かきまぜ器で混合しながら0.5~50kHzの高周波を印加した。これにより、バインダー樹脂の一部を熔融させて合金粉末面に被覆させ、この混合物を冷却して、圧縮成形用希土類-鉄系合金粉末を製造する。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 粒径が50～200 μ mの粒子を70重量%以上含む希土類-鉄系合金粉末と粒径が250 μ m以下の熱硬化性樹脂粉末とを混合しながら、0.5～50kHzの高周波を印加して、該熱硬化性樹脂粉末の一部を溶融させて前記希土類-鉄系合金粉末表面に被覆せしめた後、得られた混合物を冷却することを特徴とする圧縮ボンド磁石用希土類-鉄系合金粉末の処理方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、機械強度が高く、圧縮ボンド磁石の製造用として好適な、プレス機への給粉性に優れている希土類-鉄系粉末合金を得ることができる圧縮ボンド磁石用希土類-鉄系合金粉末の処理方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術】 磁気特性に優れ、しかも成形性の良好な希土類-鉄系圧縮ボンド磁石は、電子機器部品として広範囲に亘って使用されている。

【0003】 このボンド磁石は、希土類-鉄系合金粉末（以下、合金粉末という）に熱硬化性樹脂（以下、樹脂という）及びその硬化剤とを配合し、均一に混合して得られた混合物をプレス機に給粉して圧縮成形し、次に、得られた成形体に、熱処理、着磁の工程を経させて製造されている。

【0004】 この製造工程のうち、合金粉末と樹脂及びその硬化剤との均一混合物を得る方法として、①樹脂を微粉化して合金粉末と機械的に混合する方法、②液体の樹脂又は有機溶剤に溶解した固体樹脂を合金粉末と混合して硬化させるか、又は、乾燥して得られたバルク状物を粉砕する方法などが挙げられる。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】 しかしながら、①の方法では、樹脂と合金粉末との密着性が悪いため得られるボンド磁石の機械強度が高くなり、又、②の方法では、樹脂が被覆された合金粉末が2次粒子化してプレス機への給粉性が劣るといった問題をそれぞれ有している。これらの問題をなくすために、樹脂量を変化させた場合、①の方法では、樹脂含量を増加すると磁気特性を低下させ、②の方法で樹脂量が極端に減少すると機械強度が低下するといった問題がある。

【0006】 本発明は、磁気特性を保ちつつ、機械強度が十分な圧縮ボンド磁石の製造用として好適な、プレス機への給粉性にも優れている合金粉末を得ることができる処理する方法を提供することを目的とするものである。

【0007】

【課題を解決するための手段】 本発明は、前記問題を解決し、前記目的を達成するために研究を重ねた結果、特定粒径の合金粉末と樹脂粉末とを混合しながら特定波長

の高周波を印加する手段をとることによって目的を達し得ることを見出して本発明を完成するに至った。すなわち、本発明は、粒径が50～200 μ mの粒子を70重量%以上含む希土類-鉄系合金粉末と粒径が250 μ m以下の熱硬化性樹脂粉末とを混合しながら、0.5～50kHzの高周波を印加して、該熱硬化性樹脂粉末の一部を溶融させて前記希土類-鉄系合金粉末表面に被覆せしめた後、得られた混合物を冷却する圧縮ボンド磁石用希土類-鉄系合金粉末の処理方法である。

10 【0008】 本発明において使用する希土類-鉄系合金粉末としては、たとえばネオジム(Nd)-鉄(Fe)-ボロン(B)3元系のものが挙げられる。この合金の粉末は、たとえば、液体急冷法で製造することが望ましい。すなわち、所定割合のネオジム、鉄およびボロン配合物を高周波溶解し、高速回転している銅又はアルミニウム製パドルに吹き付けてリボン状物を得、粒径425 μ m以下まで粉砕して合金粉末とする方法によって製造する。この合金粉末の粒径が大きくなると、圧縮成形に供する合金粉末の粒径が大きくなり、得られた成形体の密度が高くなり磁気特性が低下するものである。一方、粒径が細かすぎると、高周波を印加し高温となったときに表面酸化を受け易く、同様に磁気特性が低下するものであって、粒径50～200 μ mのものが70重量%以上であれば成形密度が十分であり、しかも、表面酸化を受け難いことを見出した。

【0009】 又、バインダー樹脂としては、熱硬化性樹脂、たとえば、エポキシ樹脂、フェノール樹脂などが挙げられ、粒径が250 μ m以下の粉末としたものを使用する。このために、樹脂と合金粉末との接触面積が大きく、均一に付着させることができる。すなわち、液状のものでは、合金粉末との混合物が2次粒子化してプレス時の給粉性が劣り、250 μ mより大きい粉末、又は、ペレットでは、均一な圧縮成形用合金粉末を得ることが困難である。

【0010】 本発明において高周波を印加するのは、まず、合金粉末を加熱し、その熱で樹脂粉末の一部を溶融させるためであり、樹脂粉末と合金粉末とを同時に加熱する方法では、樹脂による合金粉末の被覆が十分でなかったり、樹脂が粉末状を維持し難くなるからである。又、周波数は、0.5～50kHzとしたが、これは、渦電流又はヒステリシス損により合金粉末を加熱する際、10～30分間で300℃以上まで昇温させない条件で加熱混合するためである。すなわち、0.5kHz未満の高周波では発熱が十分でなく、50kHzを超えると急激に加熱され、樹脂同志が2次粒子化して給粉性を劣化させ、又、合金粉末を酸化させ、得られるボンド磁石の磁気特性を劣化させるからである。さらに、高周波印加中に混合するのは、より均一な圧縮成形用合金粉末を得るために重要であり、混合操作をしないと、2次粒子化がいちじるしいからである。

【0011】ここで得られた圧縮成形用合金粉末の粒度は、大きくなると給粉性が劣化し、逆に、小さくなると樹脂の付着量が少ないため機械強度が十分でなく、粒径100~400 μ mのものが80重量%以上あれば機械強度及び給粉性ともに優れたものを得るのに望ましいものである。

【0012】

【実施例】次に、本発明の実施例を述べる。

実施例 1

1) 合金粉末の調製

Nd-Fe-Co-B系合金の鋳塊を高周波熔融後、周速度40m/秒で回転する銅ロール面に、圧力0.5kg/cm²で吹き付けて急冷し、幅2mm、厚さ20 μ mのリボンを得た。このリボンを真空中750℃で10分間加熱して常温まで冷却した後、スタンプミルで425 μ m以下まで粉碎し、合金粉末(Nd:12.5原子%、Co5.5原子%、B:5.0原子%、残りFe)を得た。

【0013】2) 圧縮成形用合金粉末の製造

1)で得た合金粉末に、粒径250 μ m以下に調整したエポキシ樹脂と無水フタル酸(硬化剤)とからなるバインダー{エポキシ樹脂:無水フタル酸=5:1(重量比)}を2.0重量%加え、この混合物をタンマン管ルツボ中に入れ、銅製の高周波コイル中にセットする。ついで、高周波を直流電圧30~50Vで直流電流5Aの条件で10分間印加する。この間、ルツボ中にテフロン製のかきまぜ器を入れて十分機械混合を続けた。10分後、混合物の温度が150℃に達した後、高周波の印加をやめ、ルツボから混合物を取り出し、放冷し、圧縮成形用粉末(100~400 μ mの粉末が83重量%あった)を得た。なお、前記各粉末の粒度の調整及び測定は、タップ式分級器によって行なった。

【0014】3) ボンド磁石の製造

2)で得た圧縮成形用粉末を2.0g採り、面圧力5t/cm²で圧縮成形し、150℃で1時間加熱することにより、幅5mm、長さ10mm、高さ6mmの硬化物を得た。この硬化物を50kOeの磁場中で着磁してボンド磁石とした。

【0015】4) 各種試験

イ) 給粉性:形状、幅9mm、長さ11mm、深さ21mmのキャビティに圧縮成形用粉末500ccを盛り上げ、すりきった後のキャビティ内の粉末量を測定する処理を20回繰り返して行ない、平均給粉量を測定して給粉性を求めた。

【0016】ロ) 機械強度:前記寸法のボンド磁石をオートグラフにて抗折力を測定して機械強度を求めた。

【0017】ハ) 磁気特性:チオファイ型自記磁束計にてボンド磁石の最大エネルギー積を測定して求めた。

【0018】これらの結果を表1に示す。

実施例 2

(3) 樹脂粒径を150 μ m以下とした以外は、実施例1と同様にしてボンド磁石を製造し、実施例1と同様にして各種試験を行なった。これらの結果を表1に示す。

実施例 3、4

高周波印加に際して、周波数を30kHz(実施例3)及び50kHz(実施例4)とした以外は、実施例1と同様にしてボンド磁石を製造し、実施例1と同様にして各種試験を行なった。これらの結果を表1に示す。

実施例 5

10 バインダー添加量を5.0重量%とした以外は、実施例1と同様にしてボンド磁石を製造し、実施例1と同様にして各種試験を行なった。これらの結果を表1に示す。

比較例 1

樹脂粒径を250~425 μ mとした以外は、実施例1と同様にしてボンド磁石を製造し、実施例1と同様にして各種試験を行なった。これらの結果を表1に示す。

比較例 2、3

高周波印加に際して、周波数を0.2kHz(比較例2)及び100kHz(比較例3)とした以外は、実施例1と同様にしてボンド磁石を製造し、実施例1と同様にして各種試験を行なった。これらの結果を表1に示す。

比較例 4

高周波印加に際して、かきまぜを行わずに印加した以外は、実施例1と同様にしてボンド磁石を製造し、実施例1と同様にして各種試験を行なった。これらの結果を表1に示す。

従来例 1

30 常温で液状のエポキシ樹脂と無水フタル酸(硬化剤)からなるバインダー樹脂2.0重量%と実施例1と同様な合金粉末2.0gとをVブレンダーにて10分間混合して得た混合物を使用し圧縮成形物を80℃で30分、および150℃で30分加熱して硬化物を得る以外は実施例1~5と同様にしてボンド磁石を製造し、実施例1と同様にして各種試験を行なった。これらの結果を表1に示す。

従来例 2

40 粒径250 μ m以下の粉末状エポキシ樹脂を使用した以外は、従来例1と同様にしてボンド磁石を製造し、実施例1と同様にして各種試験を行なった。これらの結果を表1に示す。

実施例 6

バインダー樹脂として粒径250 μ m以下に調整したフェノール樹脂と無水フタル酸(硬化剤)を用い、高周波印加に際して、周波数を5kHzとした以外は、実施例1と同様にしてボンド磁石を製造し、実施例1と同様にして各種試験を行なった。これらの結果を表2に示す。

実施例 7

50 樹脂粒径を150 μ m以下とした以外は、実施例6と同

5

6

様にしてボンド磁石を製造し、実施例1と同様にして各種試験を行なった。これらの結果を表2に示す。

実施例 8、9

高周波印加に際して、周波数を20kHz（実施例8）及び40kHz（実施例9）とした以外は、実施例6と同様にしてボンド磁石を製造し、実施例1と同様にして各種試験を行なった。これらの結果を表2に示す。

実施例 10

バインダー樹脂添加量を5.0重量%とした以外は、実施例6と同様にしてボンド磁石を製造し、実施例1と同様にして各種試験を行なった。これらの結果を表2に示す。

比較例 5

樹脂粒径を250～425 μ mとした以外は、実施例6と同様にしてボンド磁石を製造し、実施例1と同様にして各種試験を行なった。これらの結果を表2に示す。

比較例 6、7

高周波印加に際して、周波数を0.3kHz（比較例6）及び100kHz（比較例7）とした以外は、実施

(4)

例6と同様にしてボンド磁石を製造し、実施例1と同様にして各種試験を行なった。これらの結果を表2に示す。

比較例 8

高周波印加に際して、かきまぜ器によるかきまぜを行わずに印加した以外は、実施例6と同様にしてボンド磁石を製造し、実施例1と同様にして各種試験を行なった。これらの結果を表2に示す。

従来例 3

10 常温で液状のフェノール樹脂を使用した以外は、従来例1と同様にしてボンド磁石を製造し、実施例1と同様にして各種試験を行なった。これらの結果を表2に示す。

従来例 4

粒径250 μ m以下のフェノール樹脂を使用した以外は、従来例1と同様にしてボンド磁石を製造し、実施例1と同様にして各種試験を行なった。これらの結果を表2に示す。

【0019】

【表1】

	顔料形状	バインダー 添加量 (wt%)	高圧液 (MPa)	平均給粉量 (g)	被覆速度 (kg/mm ²)	塗布特性(最大 エネルギー積) (MGOe)
実施例1	250 μ m 以下粉末	2.0	10	3.329	5.50	5.31
" 2	150 μ m 以下粉末	2.0	10	3.361	5.72	5.50
" 3	250 μ m 以下粉末	2.0	30	3.320	5.52	5.27
" 4	"	2.0	50	3.307	5.88	5.20
" 5	"	5.0	10	3.282	5.64	5.26
比較例1	250 ~ 425 μ m粉末	2.0	10	2.510	4.95	5.09
" 2	250 μ m 以下粉末	2.0	0.2	3.222	3.86	5.41
" 3	"	2.0	100	2.200	4.92	5.00
" 4	"	2.0	10	2.104	5.01	4.96
従来例1	液体	2.0	—	2.025	5.84	5.44
" 2	250 μ m 以下粉末	2.0	—	3.359	3.73	5.42

【0020】

【表2】

	磁石形状	バインダー 添加量 (wt%)	高周波 (kHz)	平均給粉量 (g)	機械強度 (kgf/ mm ²)	磁気特性(最大 エネルギー積) (MGOe)
実施例6	250 μ m 以下粉末	2.0	5	3.381	4.38	5.25
" 7	150 μ m 以下粉末	2.0	5	3.405	4.57	5.31
" 8	250 μ m 以下粉末	2.0	20	3.279	4.40	5.32
" 9	"	2.0	40	3.265	4.42	5.35
" 10	"	5.0	5	3.194	4.55	5.26
比較例5	250 ~ 425 μ m粉末	2.0	5	2.744	4.41	4.95
" 6	250 μ m 以下粉末	2.0	0.3	3.206	2.77	5.27
" 7	"	2.0	100	2.990	2.50	4.99
" 8	"	2.0	5	3.278	2.39	5.08
従来例3	液体	1.0	—	2.751	4.58	5.25
" 4	250 μ m 以下粉末	3.0	—	3.400	2.39	5.18

【0021】

【発明の効果】本発明は、特定粒径の希土類-鉄系合金粉末とバインダー樹脂とをかきまぜながら特定波長の高周波を印加するようにしたので、希土類-鉄系のもつ磁

気特性を保ちつつ、給粉性と機械強度ともに優れているボンド磁石用希土類-鉄系合金粉末を得ることのできる処理方法を提供することができたものであって顕著な効果が認められる。

フロントページの続き

(51)Int. Cl. ⁵

H01F 1/053
1/09

識別記号

庁内整理番号

F I

技術表示箇所

A 7371-5E